

ПУБЛИКАЦИИ ПО АНАЛИТИКЕ В ЖУРНАЛЕ «ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ» В ПЕРВОМ ПОЛУГОДИИ 1997 г.

Ю.М.Полежаев

Уральский государственный технический университет (УГТУ-УПИ)

620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19

За первое полугодие 1997 года в журнале «Заводская лаборатория» по разделу «Анализ вещества» опубликовано 33 статьи. Распределение статей по методам приведено ниже.

1. ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

1.1. Титриметрический анализ

«Определение окисленной формы в полианилине для контроля качества катодной массы в химических источниках тока», Е.М.Зингель, Т.В.Кедринская, И.А.Кедринский. № 4, с.10 – 12. Описан более дешевый и легкий по сравнению с существующим способом определения степени скисления полианилина, включающий восстановление избытком SnCl_2 в 50%-ном растворе серной кислоты и последующее обратное титрование не вступившего в реакцию SnCl_2 раствором $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ в присутствии индикатора дифениламина. Стандартное отклонение не превышает 0.22%.

2. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

2.1. Электрохимические методы анализа

2.1.1. Потенциометрический анализ

«Потенциометрическое определение меди в сульфидных медных рудах» Ю.Г.Мурзина, Ю.Е.Ермоленко, Ю.Г.Власов № 6, с.1 – 7. Описаны потенциометрические методы определения меди в сульфидных рудах в широком диапазоне концентраций с точностью от 1 до 10%. В работе применяли кислотное разложение образцов медных руд. Измерения проводили с использованием полностью твердофазных медь-селективных химических сенсоров с кристаллической мембраной. Сравнивали результаты определений, полученные методами прямой потенциометрии, потенциометрического титрования этилендиаминтетраацетатом натрия и диэтилдитиокабаминамом натрия, а также методом добавок. Лучшие результаты (относительная погрешность 1%) получены при определении концентраций анализируемых растворов методом потенциометрического титрования.

2.1.2. Ионоселективные электроды и ионометрия

«Конструкция жидкостного ион-селективного электрода», Е.А.Кучкарев, Г.Н.Нужа. № 3, с.16 – 17.

«Сравнительная оценка эксплуатационных характеристик фторселективных электродов различных типов», И.С.Костюкова, Е.К.Дзержко, А.А.Эннан. № 3, с. 13 – 15

Изучены стабильность работы, время установления равновесного значения потенциала, чувствительность и температурный диапазон эксплуатации пяти типов фторселективных электродов (ФСЭ) в водной и водно-органических средах. Отмечены преимущества твердоконтактных ФСЭ, в частности модели ИСЭ-Ф-03 (МП «Лен-Эст», Санкт-Петербург, г.Силламяэ, Эстония).

«Сенсор для обнаружения аммиака в рабочей зоне», С.И.Кричмар, В.М.Безпальченко. № 4, с.12 – 13.

Описан концентрационный гальванический элемент с пористыми хингидронными электродами. Электрод сравнения отделен от газовой среды катионитом КУ-5. Чувствительность по аммиаку составляет $2 \cdot 10^{-4}\%$ объемн., что превышает значение ПДК примерно в 10 раз.

2.1.3. Кулонометрический анализ

«Кулонометрическое определение железа, меди и урана в технологических растворах», И.С.Склярченко, Т.М.Чубукова. № 2, с.11 – 13. Разработаны программы для определения железа, меди и урана кулонометрическим методом в технологических растворах производства радиоактивных элементов, позволяющие с хорошей воспроизводимостью, малой погрешностью одновременно определять из одной пробы указанные элементы.

«Кулонометрическое определение золота в ювелирных сплавах с высоким содержанием

ПОЛЕЖАЕВ ЮРИЙ МИХАЙЛОВИЧ
заведующий кафедрой аналитической химии Уральского Государственного технического университета, доктор технических наук, профессор.
Область научных интересов: химия, технология и анализ веществ и материалов на основе редких металлов.
Автор свыше 400 научных и методических публикаций, в том числе 48 авторских свидетельств, 2 монографий и 2 учебных пособий.

серебра после их растворения с помощью фторсодержащих реагентов», И.А.Езерская, В.Ф.Суховерхов, Л.П.Житенко, И.Н.Киселева, М.В.Афанасьева, Л.Г.Подзолко. № 3, с.1 – 5. Описана методика определения золота в ювелирных сплавах Au–Ag–Cu с высоким содержанием серебра, включающая растворение сплавов с помощью фторсодержащих реагентов (4 варианта) и последующее кулонометрическое определение золота на Pt- электроде. Фоновый электролит – 2–4 М HCl+0.005 М сульфаминовая кислота, $E_{эл} = 0.40$ В (нас.к.э.). При анализе ювелирного сплава с содержанием 47.00% Au и массовым соотношением Au:Ag:Cu=1:0.45:0.70 относительное стандартное отклонение S_r равно 0.006 – 0.008.

2.1.4. Вольтамперометрический анализ

«Экспрессное определение палладия в фосфатном электролите вольтамперометрическим методом на графитовом электроде», В.Н.Киршов, Ю.Б.Клетеник. № 2, с.1 – 4.

Описана методика определения палладия в фосфатном электролите на обновляемом графитовом электроде методом прямой постоянноточковой вольтамперометрии по катодному пику восстановления аммиаков палладия в фоновом растворе (0.1 М NaOH+0.1 М KOH). Пик палладия регистрирует в области потенциалов – (0.75 – 0.87)В относительно Н.К.Э. Определению не мешают цинк, серебро, медь. Относительное стандартное отклонение результатов анализа <2%.

«Вольтамперометрия нитрит-иона на обновляемых твердых электродах», Л.И. Скворцова, Ю.Б.Клетеник. № 2, с. 4 – 5.

Описана методика вольтамперометрического определения нитрит-иона, основанная на его окислении на платиновом или графитовом электродах, на полярографе ПУ-1 на фоне 0.1–0.2 Н растворов минеральных кислот в дифференциальном постоянноточковом режиме. Предел обнаружения для платинового и графитового электродов составляет 1 и 3 мг/л, воспроизводимость 3%.

«Программное обеспечение для вольтамперометрического анализа», А.И.Городец, Н.Я. Перова, Р.М.–Ф.Салихджанова. № 2, с. 6 – 9. Дан анализ основных направлений, по которым ведется разработка программного обеспечения зарубежных и отечественных автоматизированных вольтамперометрических систем, открывающих новые возможности для широкого применения вольтамперометрической аппаратуры.

«Автоматизированный метод вольтамперометрического определения ультрамалых концентраций серебра в морской воде», Л.К.Шпитун, Н.Е.Копытова. № 3, с.5 – 7.

Описан автоматизированный метод определения ультрамалых концентраций серебра в морской воде, включающий накопление серебра на угольном композиционном электроде (УКЭ) и последующую регистрацию анодного тока в режиме дифференциально-импульсной вольтамперометрии.

УКЭ изготовлен из угольного порошка, сидопрена и гидрофобного силиконового носителя с привитыми молекулами 1,4,7,10-тетраацетилдодекана. Предел обнаружения серебра составляет 0.05 нМ.

«Обновляемый электрод в вольтамперометрии», Г.К.Будников. № 4, с. 1 – 8.

Дан обзор за последние 5–7 лет по проблемам изготовления электродов различного назначения для вольтамперометрического анализа. Рассмотрены новые способы изготовления электродов нанесением тонких проводящих пленок на инертные матрицы.

«Адсорбционные концентрирование в инверсионной вольтамперометрии никеля», Л.Э.Стенина, А.В.Чернышева, Х.З.Брайнина. № 5, с.1 – 4. Предложен инверсионно-вольтамперометрический метод определения ионов никеля на уровне ПДК и ниже с применением амперометрических сенсоров на основе углеродсодержащих материалов. Использовано адсорбционное концентрирование на поверхности электрода комплекса никеля с диметилглиоксимом. Приведены зависимости аналитического сигнала никеля от различных параметров процесса. Выбраны оптимальные условия анализа. Метод использован для анализа различных вод и пищевых продуктов.

«Информационная система вольтамперометрических методик», Н.Я.Петрова, Р.М.–Ф.Салихджанова, А.И.Городец. № 6, с. 7 – 10. Изложены принципы построения автоматизированной библиотеки вольтамперометрических методик определения. Показаны широкие возможности такой системы построения базы данных для автоматизированного поиска нужной информации по определяющим критериям, например по объекту определения. Описанный принцип использован при разработке банков вольтамперометрических методик определения различных веществ в экологических, промышленных и медицинских объектах.

2.2. Спектрофотометрический анализ

«Спектрофотометрическое определение толилмалеимидов», Р.И.Исаев, А.В.Ишков № 1, с. 13 – 16.

Получены спектры поглощения о-толилмалеимида и п-толилмалеимида в различных растворителях. Исследованные имиды обладают отрицательным сольватохромным эффектом: длины волн максимумов спектров поглощения с увеличением полярности растворителя смещаются в сторону коротких волн. Разработаны методики спектрофотометрического определения исследованных имидов в пяти растворителях отличающиеся простотой, надежностью и высокой чувствительностью.

«Фотометрическое определение алюминия с антразохромом в силикатных материалах металлургического производства», Н.Н.Басаргин, Т.Я.Каленченко, Ю.Г.Розовский, А.И.Ситко.

№ 3, с. 7 – 9.

Описана экспрессная, надежная и избирательная методика фотометрического определения алюминия с реагентом антразохромом в доменных, сталеплавильных, конвертерных шлаках, фриттах, стеклосмазке, ферросилиции в диапазоне содержаний 0.5 – 20% Al_2O_3 с точностью 0.23–3%. Метод апробирован на стандартных образцах состава.

«Спектрофотометрическое определение суммы РЗЭ в алюминиевых сплавах», С.В.Бельтюкова, В.А.Перфильев, И.А.Бойко. № 3, с.10–11

Описана простая и экспрессная методика фотометрического определения суммы РЗЭ с хлорфосфатами III в алюминиевых сплавах. Влияние посторонних примесей устраняется маскированием фосфорной кислотой. Интервал определяемых содержаний составляет 0.01 – 5%.

«Контроль содержания фтора в почве», О.В.Гайдук, Л.И.Филиппович. № 3, с. 11 – 12. Разработана спектрофотометрическая методика, позволяющая быстро и надежно определять 0.01 – 0.1 % фтора в почве после пирогидролитического разложения содержащихся в ней фторидов. Методика основана на реакции образования тройного комплекса фтора с ализаринкомплексонатом лантана при pH 4.6.

«Спектрофотометрический анализ: новые возможности при предварительном концентрировании ртути методом мембранной фильтрации», С.Б.Саввин, А.В. Михайлова. № 6, с. 11 – 14. Разработан способ спектрофотометрического определения ртути (независимо от форм нахождения) с дитизином, модифицированным ВПК-101, после предварительного концентрирования методом мембранной фильтрации. Метод основан на взаимодействии ртути с дитизином при pH 1.1 – 1.2 (солянокислый буферный раствор). Интенсивность окраски образующегося комплекса измеряли при 498 нм. Дитизон образует с ртутью в присутствии ВПК-101 прочное и устойчивое к действию света комплексное соединение.

«Спектрофотометрическое определение красителей прямого алого и прямого чисто-голубого в их смеси», Ф.Г. Лупашку, Л.И.Монахова, М.П.Филиппов, Г.А.Школенко. № 6, с.14 – 16.

Описан метод количественного спектрофотометрического определения красителей прямого алого и прямого чисто-голубого в водных растворах из смесей. Установлено, что в разбавленных растворах ($c < 10^{-5}$ М) смесь исследованных красителей представляет собой двухкомпонентную систему, состоящую из ассоциата, образованного в результате взаимодействия красителей между собой, и молекул одного из красителей, присутствующего в избытке в смеси.

2.3. Атомно-абсорбционный анализ

«Оптимизация условий атомно-абсорбцион-

ного анализа с графитовыми электротермическими атомизаторами», И.Л.Гришштейн, В.А.Копейкин, Л.А.Васильева, Ю.А.Вильнан, Н.В.Розен, Л.П.Полякова. № 4, с. 14 – 26.

Рассмотрено влияние конструкции атомизатора и уровня фонового содержания определяемых металлов в лаборатории на основные характеристики методик электротермического атомно-абсорбционного анализа. Отмечено, что при разработке методик анализа реальных объектов со сложной матрицей следует использовать атомизатор с максимально разделенными зонами испарения и атомизации пробы. Это обеспечивает максимальную чувствительность и надежность результатов анализа. Кроме того, нужно учитывать величины пороговых концентраций, определяющих уровень, с которого возможно внесения загрязнений, для всех этапов аналитической процедуры, и в случае необходимости использовать соответствующие обеспыленные помещения или рабочие места, чтобы свести к минимуму влияния фоновых содержаний определяемых металлов на результат анализа.

«Предварительное концентрирование золота новым хелатным сорбентом в анализе руд», Н.Н.Басаргин, Ю.Ф.Зибарова, Ю.Г.Розовский, Л.Ф.Карташова. № 4, с. 8 – 10.

Для избирательного выделения, концентрирования и атомно-абсорбционного определения 10^{-4} – 10^{-6} % Au в минеральных объектах синтезирован и аналитически изучен новый хелатный сорбент – полистирол – (1-азо-1')-фенилендиамин-3',4'. Разработана новая экспрессная методика концентрирования золота в присутствии матричных и сопутствующих элементов, которая применена в анализе стандартных образцов сульфидных руд и силикатных пород.

2.4. Хроматографический и хромато-масс-спектрометрический анализ.

«Применение ионной хроматографии в ликеро-водочном производстве. Определение неорганических анионов», О.Н.Обрезков, В.А.Толкачева, Г.И.Зайканова, В.А.Ямников, О.В.Крохин, О.А.Шпигун. № 2, с. 9 – 11.

Оценена эффективность применения ионной хроматографии в анализе продукции ликеро-водочного производства. Разработана и апробирована методика определения неорганических анионов, позволяющая значительно сократить время анализа по сравнению с другими методиками при хороших метрологических характеристиках.

«Компонентный анализ промышленных фракций дихлорэтана методом хромато-масс-спектрометрии», О.Р.Сергеева, Т.К.Воропаева, Л.Б.Кривдин. № 2, с. 18 – 20.

Изучена возможность применения метода хромато-масс-спектрометрии для компонентного анализа флегм 1,2-дихлорэтана С-401 (содержание основного компонента до 80%) и С-402 (содержание основного компонента до 99,8%). Составлен перечень идентифицированных и предполагаемых

компонентов, насчитывающий 23 наименования, из которых надежно идентифицированы 17 индивидуальных веществ. 13 идентифицированных соединений являются примесными компонентами флегмы С-401, а 4 соединения – флегмы С-402.

«Радиационно-химическое разложение полихлорированных бифенилов в гексане», А.В.Митрошков, И.А.Ревельский, А.П.Подсобляев, А.М.Саркисян. № 5, с. 4 – 6.

Проведено изучение степени разложения полихлорированных бифенилов в зависимости от дозы облучения с использованием хромато-масс-спектрометрии для анализа продуктов разложения.

2.5. Прочие методы анализа

«Системы контроля коррозивности технологических сред», В.И.Сорокин, А.В.Борискин. № 5, с. 7 – 9.

Показана целесообразность использования автоматической приборной техники для оценки коррозионной стойкости конструкционных материалов в конкретных коррозивных средах. Описан принцип работы автоматической микропроцессорной системы измерения коррозивности технологических сред, основанный на методе поляризационного сопротивления. Приведены технические характеристики системы.

3. ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Атомно-эмиссионный анализ

«Определение примесей РЗЭ в чистых РЗ-основах методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно – связанной плазмой», Г.И.Шманенкова, А.Э.Тесёлкина, Ю.А.Карпов, Л.В.Колесова, В.В.Недлер, В.П.Щелкова. № 4, с. 26 – 29.

Предложен подход к созданию методик определения примесей редкоземельных элементов (РЗЭ) в чистых РЗ-основах методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП). Разработана методика химико-атомно-эмиссионного определения примесей РЗЭ в оксиде иттрия на уровне $3 \cdot 10^{-4}$ – $10^{-3}\%$.

3.2. Рентгено-флуоресцентный анализ

«Источники погрешностей рентгенографического анализа минералов, горных пород, руд и пути их выявления», Г.А.Сидоренко № 2, с. 12 – 15.

Показано, что обеспечение правильности результатов рентгенографического анализа минералов, горных пород руд и концентратов (диагностика, качественный и количественный фазовый анализ) требует не только тщательной пробоподготовки и метрологического обеспечения достоверности экспериментальных результатов, но и комплексного сочетания с другими методами анализа природных объектов.

«Сравнение некоторых версий коэффициентов ослабления, используемых в рентгенофлуоресцентном анализе», А.Л.Финкельштейн, Т.В.Гунич. № 2, с. 15 – 17.

На примере рентгенофлуоресцентного анализа горных пород и сплавов проведено сопоставление четырех, часто упоминаемых в литературе версий коэффициентов ослабления рентгеновского излучения. Интенсивности рентгеновской флуоресценции, рассчитанные с помощью различных процедур, которые аппроксимируют зависимость коэффициентов ослабления от энергии (или длины волны) рентгеновского излучения, сравнивали с измеренными интенсивностями для основных элементов горных пород и литературными данными для Ni, Fe, Cr. Полученные результаты свидетельствуют об отсутствии значимых различий при использовании тех или иных версий коэффициентов ослабления для рассмотренных объектов.

«Широкополосные монохроматоры в рентгенофлуоресцентном анализе с полным внешним отражением первичного излучения», А.П.Моровов, М.Г.Васин, Ю.И.Виноградов, В.В.Жмайло, Ю.В.Игнатъев, Л.Н.Кряжмская, А.Е.Лахтиков, В.В.Назаров, В.Н.Фунин, В.В.Чулков. № 6, с.26 – 29.

Исследованы особенности применения рентгеновских зеркал и широкополосных брегговских монохроматоров, формирующих спектральное распределение квантов первичного пучка, в рентгенофлуоресцентном анализе с полным внешним отражением. В качестве брегговских монохроматоров применяли искусственную структуру из слоев W-C и высокоориентированный пиролитический графит. Показано, что для достижения более низких значений предела обнаружения элементов перспективно использовать ПВО-спектрометры с широкополосными монохроматорами. На установке с трубкой мощностью 1кВт при моноэнергетическом возбуждении (линия $K_{\alpha}Mo$) пробы достигнут предел обнаружения платины примерно $1 \cdot 10^{-10}г$. Показана возможность увеличения чувствительности анализа многоэлементных образцов за счет оптимального выбора энергии возбуждающих квантов при плавной угловой настройке брегговского монохроматора.

3.3. Прочие методы анализа

«Оптимизация инфракрасного контроля влажности угля», А.М.Онищенко. № 6, с. 17 – 25. Исследованы спектры диффузного отражения инфракрасного излучения в диапазонах волновых чисел $4200 - 1200\text{ см}^{-1}$ и $1400 - 400\text{ см}^{-1}$ углями марок А, Б, Г, Т, Д, Ж, К, и ОС отобранными на 17 предприятиях, и вмещающими породами типов углистый сланец, алевролит, аргиллит, известняк, песчаник, глина и гранит. Разработаны методики отбора информативных пар сигналов, когда влажность определяется по расстояниям Евклида и Махаланобиса или по вероятностному расстоянию. Показано резкое снижение погрешности при определении влажности по отношению двух сигналов.

4. ПРИБОРЫ И УСТРОЙСТВА

«Микроаналитические системы – новое направление аналитического приборостроения», Б.Г.Беленький, Т.М.Зимина, Н.И.Комяк. № 1,

с. 1 - 10.

Рассмотрены социальные и научно-технические предпосылки возникновения микроаналитических систем (МАС) - нового направления аналитической химии. Описаны варианты конструкции МАС, технологические особенности. Приведены примеры биотехнологического применения МАС.

«Устройство для наполнения пипеток жидкостями», М.Ф.Кесаманлы. № 3, с. 17.

Таким образом, по числу публикаций по-прежнему первенство удерживают электрохимические методы анализа и спектрофотометрический анализ (на их долю приходится 39.4 и 18.2% публикаций соответственно). Из физических методов анализа на первом месте рентгенофлуоресцентный анализ (на его долю приходится 9.1 % публикаций).

* * * * *

РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК
НАУЧНЫЙ СОВЕТ ПО ХРОМАТОГРАФИИ

**ВСЕРОССИЙСКИЙ СИМПОЗИУМ ПО ТЕОРИИ И
ПРАКТИКЕ ХРОМАТОГРАФИИ И
ЭЛЕКТРОФОРЕЗА**

13-17 апреля 1998 Г.

Московская обл., ст. Долгопрудная, пансионат "Клязьма"

Тематика Симпозиума:

- ⇒ *Фундаментальные основы хроматографии и электрофореза*
- ⇒ *Комбинированные методы: ГХ-МС, ЖХМС, ГХ-ИК Фурье*
- ⇒ *Компьютерное моделирование и оптимизация процессов разделения*
- ⇒ *Синтез новых типов полимерных и органоминеральных сорбентов для абсорбционных и электрохроматографических процессов*
- ⇒ *Методы концентрирования микропримесей, включая твердофазную экстракцию*
- ⇒ *Ионная хроматография*
- ⇒ *Ионообменная хроматография*
- ⇒ *Капиллярный электрофорез*
- ⇒ *Препаративная хроматография*
- ⇒ *Охрана окружающей среды*
- ⇒ *Хроматография и электрофорез синтетических и природных соединений*
- ⇒ *Хроматография в биологии и медицине*
- ⇒ *Приборы и оборудование для хроматографии и капиллярного электрофореза*
- ⇒ *Симпозиум будет сопровождать выставка хроматографического и электрофоретического оборудования, сорбентов и научной литературы.*

Сроки:

предоставления тезисов — до 15.02.98

уведомление о перечислении взноса и других орг. вопросах — 15.03.98

Предполагаемый размер взноса, включая стоимость проживания и питания — 750 т.р.

Секретариат Симпозиума:

Научный Совет по хроматографии РАН
117915, Москва, Ленинский пр., 31, ИФХ РАН

Тел./факс: (095) 9520065

Тел. (095) 955-46-85, (095) 952-44-61, (095) 952-42-97

E-mail: kolom@serv1.phyche.ac.ru;

larionov@lmm.phyche.msk.su